



Laboratoriums- und Betriebs-Journal

Eigentum der HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT · 65926 Frankfurt am Main

52

Tag

10g Rohsubstanz

25 ml Isopropanol bei ca 60°C Badtemperatur 1h gerührt auf RT abgekühlt
abgesaugt und 2x mit je 10 ml IPA gewaschen Rohd: 4,5g
Übers Nachl bei ~60°C: Vak. getrockn. Auswaage: 4,4g HPLC: 96,3%

Rohsubstanz mit 25 ml Isopropanol bei ca 60°C Badtemperatur 1h gerührt
auf RT abgekühlt, abgesaugt und mit 10 ml Isopropanol gewaschen
Auswaage: 4,1g = 91% (10,2mmol) HPLC: 97,2%

Stoff (Hydrochlorid) zugesetzt

① 4,1g Stoff in 26 ml des EtOH suspendiert und bei RT mit
1,5 ml conc. HCl versetzt

→ Es entsteht weißlich-gelbe milchige Emulsion, dann Niederschlag
Nach 1h bei RT abgesaugt und mit 10 ml EtOH gewaschen
Auswaage: 4,1g HPLC: 98,7%

4,1 ml EtOH zugesetzt und zum VL schüttelt noch 3x je 4,5 ml EtOH zugesetzt
→ Nur noch leichte Trübung, heiß filtriert und über Nacht auskristallisieren lassen
abgesaugt und mit 10 ml EtOH gewaschen Übers Nachl bei 80°C getrockn.: Vak.
Auswaage: 3,0g = 67% (10,2mmol) HPLC: 98,4% NMR: 468,300 (20 ml - 2,500)

M. Schürer

K. Kasper
Dr. Kasper